

# Hoogtemperatuur vacuümsolderen van Titaan en Titaanlegeringen

E.W. Schuring

November 2014  
ECN-L--14-067



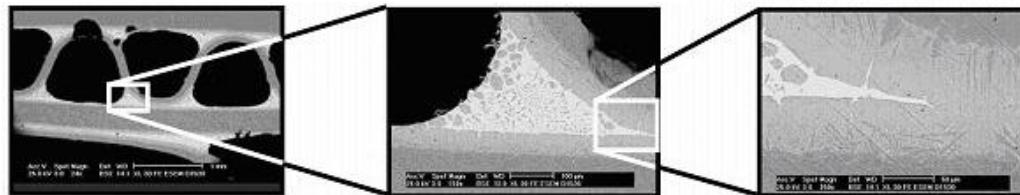
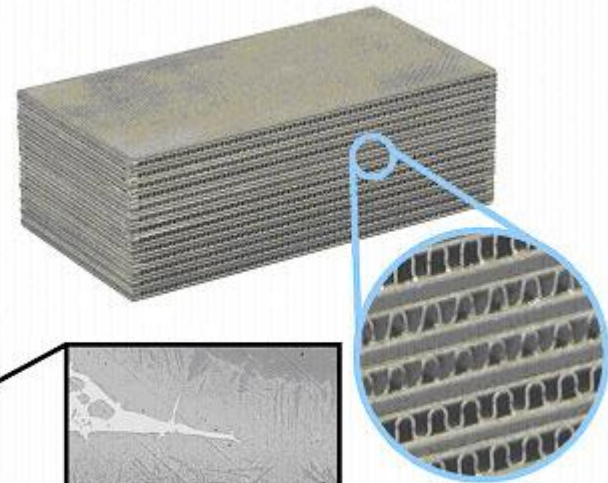
# Hoogtemperatuur vacuümsolderen van Titaan en Titaanlegeringen

E.W. Schuring

NIL-BIL Lassymposium 2014  
5 november 2014

# Inhoud

- Uitgangspunten en doelstelling project
- Aanmaak proefstaven en beproeving
- Karakterisering
  - Mechanische beproeving
    - Trekproeven (trekstaven)
    - Afschuifproeven (dog bone)
    - Fractografie (falen in verbinding)
  - Microstructuur
  - Lektesten
  - Vloeigedrag soldeer (US-testen)
  - Corrosie
  - Conclusies



# Wat gaat dit opleveren?

---

- Goede en betrouwbare verbindingen
- Voorstellen keuze soldeertoevoegmaterialen afhankelijk van de toepassing
- Hoe dit te realiseren

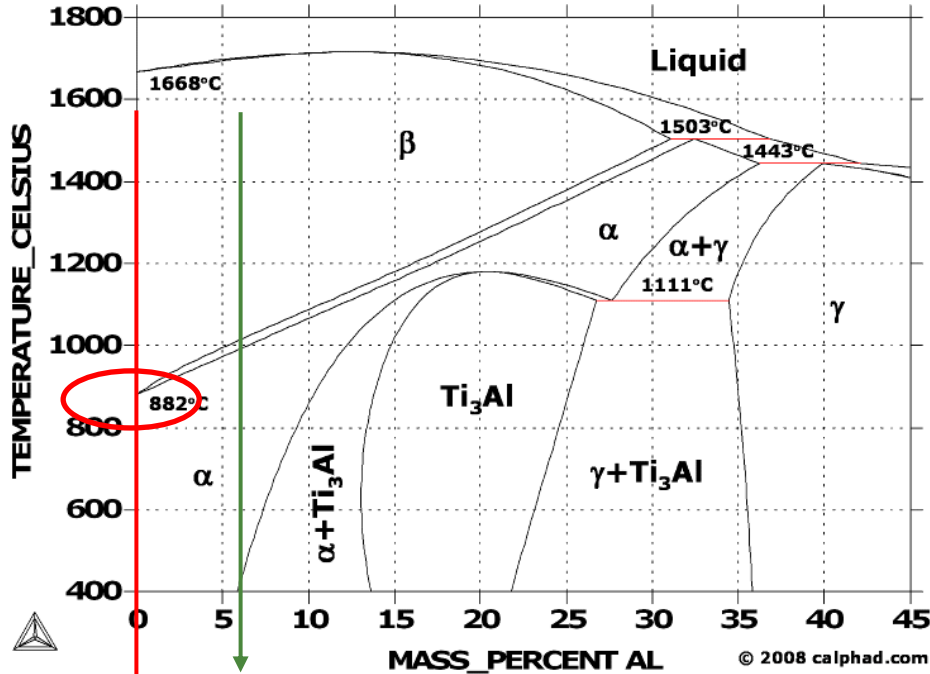
# Uitgangspunten en doelstellingen

---

- Nieuw ontwikkelde Ti-solderen beproeven in vergelijking met 'oude' solderen
- Vaststellen effecten van soldeer cyclus, diffusie- en agingbehandelingen op eigenschappen:
  - Mechanisch en breukgedrag
  - Corrosie (nog niet uitgevoerd, primair voor grade 2- $\alpha$ -Titaan)
- Selectie meest geschikte soldeer en cyclus afhankelijk van basismateriaal:
  - Grade 2            –  $\alpha$  Titaan, zuiver Ti            Toepassing: corrosie
  - Grade 5            –  $\alpha/\beta$  Titaan, Ti6Al4V            Toepassing: mech sterkte (corrosie)
  - Ti15V3CrSn3Al –  $\beta$ -Titaan            Toepassing: mech sterkte (Hoge Temp)
- $\alpha$ -Titaan max S temperatuur beperkt tot 880°C ivm  $\alpha$ - $\beta$  transformaties
- $\alpha/\beta$ -Titaan max S temperatuur beperkt tot 1000°C ivm  $\alpha$ - $\beta$  transformaties

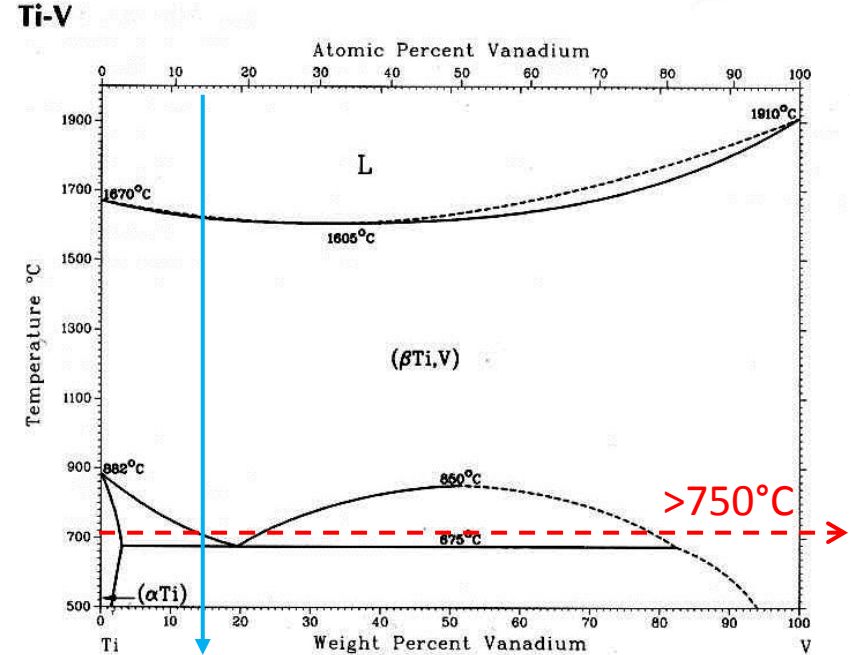
# Metallurgie van Titaan(legeringen)

## Fase diagram Ti-Al, Ti-V, Ti-Al-V



Grade 5 Ti fase overgang bij 1000°C!

Grade 2 Ti fase overgang bij 882°C! --> kritische soldeertemperatuur



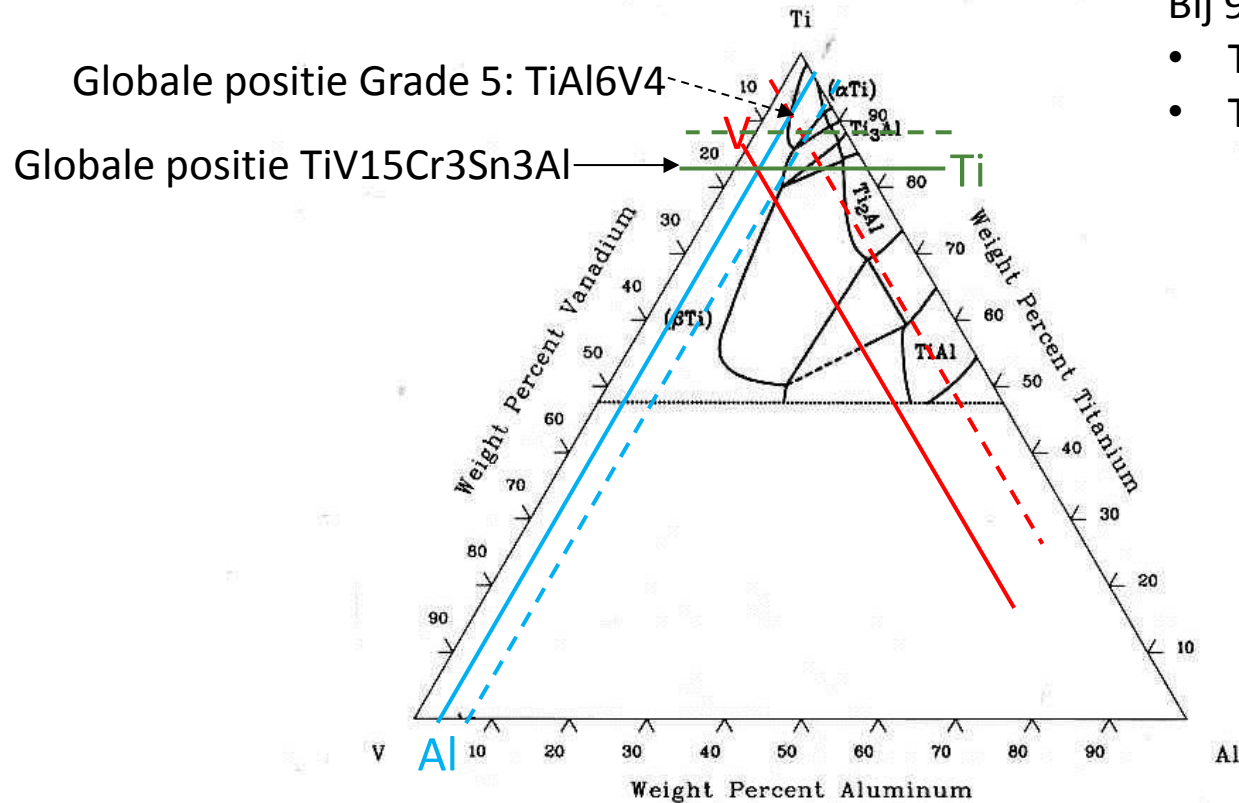
TiV15Cr3Sn3Al3

>750°C →

# Metallurgie van Titaan(legeringen)

## Fase diagram Ti-Al, Ti-V, Ti-Al-V

Al-Ti-V isothermal section at 900 °C [61Far]



Bij 900°C:

- TiV15Cr3Sn3Al3:  $\beta$
- TiAl6V4:  $\alpha$

# Geteste solderen en basismaterialen

Twee fasen: Fase 1: materiaal selectie, Fase 2: karakterisering eigenschappen

Soldeer toevoegmaterialen		Basismaterialen		
Soldeer	Solderen	Ti-Grade-2	Ti-grade-5	Ti15V3Cr3Sn3Al
	temp (°C)	$\alpha$	$\alpha$ - $\beta$	$\beta$
		max 882°C	max 1000°C	>750°C
AA3003	710	F1		
Al88Si12	680	F1		
Al95Al5	870-900	F1		
Ag82Pb9Ga9	930	F1-F2	F1	
Ti-15Cu-15Ni (BTi1)	980-1050		F1-F2	F1-F2
Ti-15Cu-25Ni (BTi2)	930-960		F1	F1-F2
Ti-35,5Zr-15Cu-10Ni (BTi3)	850-880		F1	
Ti-24Zr-16Cu-16Ni-0,5Mo (BTi4)	880-920		F1	
Ti-20Zr-20Cu-20Ni (BTi5)	870-900	F1-F2	F1-F2	F1-F2
TiCuNi 60-20-20	940-980		F1-F2	F1
CuSil	820	F1		

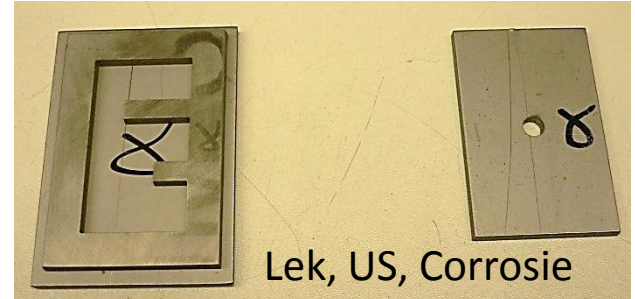
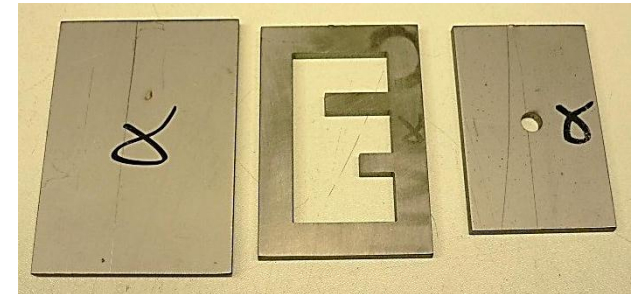
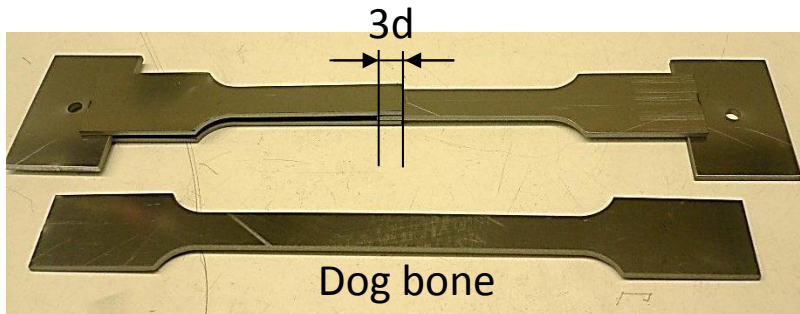
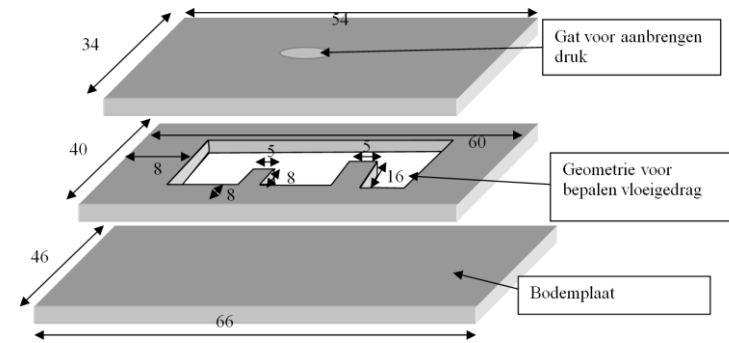
Solderen voor Fase 2 zijn gekozen op basis van resultaten uit fase 1:

Microstructuur, vloeigedrag en indicatieve proef mechanische sterkte (TC1a in huis)



# Karakterisering

- Soldeeruitendlijk
- Lektsten
- US-testen (vloeisoldeer en defecten)
- Trekproeven
  - ‘Standaard’ trekproef
  - Dubbele en enkele dog bone
- Metallografie
- Fractografie
- Corrosie (in uitvoering)



# Invloed soldeercyclus op mechanische eigenschappen basismateriaal

Structuur	grade	Plaat								
		Sterkte			taaiheid					
		Rm			rek			insnoering		
		Mpa			%			%		
		geleverd	Sold	Sold+aging	geleverd	Sold	Sold+aging	geleverd	Sold	Sold+aging
alfa	Ti-Gr2	366,7	340,1	NVT	35%	46%	NVT	57%	34%	NVT
alfa-beta	Ti-Gr5	886,4	771,7	765,6	8%	12%	12%	13%	13%	12%
beta	15-3-3-3	818,2	761,0	1067,5	15%	19%	4%	28%	18%	5%
		Staf								
alfa	Ti-Gr2	451,3	405,4	NVT	34%	37%	NVT	34%	30%	NVT
alfa-beta	Ti-gr5	1122,3	955,2	951,0	13%	17%	16%	24%	31%	27%
beta	15-3-3-3	NVT	NVT	NVT	NVT	NVT	NVT	NVT	NVT	NVT

Ti-Gr2: gering effect soldeercyclus

Ti-Gr5: afname sterkte, toename taaiheid

15-3-3-3: beperkte afname sterkte, herstel na aging van sterkte + sterke afname taaiheid!

# Trekproeven basismaterialen

Ti-Grade 2 ( $\alpha$ )



Sterke verruwing tijdens trekken, sterk verhoogde rek

Ti-Grade 5 ( $\alpha$ - $\beta$ )



Toegenomen rek en insnoering  
Verlaging sterkte (15%):  
Soldeercyclus+Diff en  
Soldeercyclus+Diff+aging

TiVCrSnAl-15-3-3-3 ( $\beta$ )

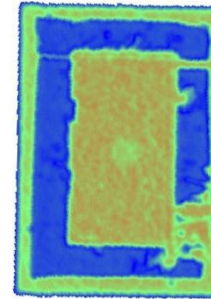


Verlaagde sterkte na Sold + Diff  
Hoge sterkte + lage rek na Aging  
Aging negatief effect?

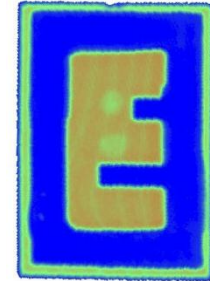
# Lek en vloeï (US testen)

materiaal	soldeer	Lektest	US
<b>α - titaan grade 2</b>	Gapasil 9	lek	lek
	TiZr20Cu20Ni20	Goed	Goed
<b>α - β titaan grade 5</b>	TiCu15Ni15	Goed	Matig
	TiZr20Cu20Ni20	Goed	Goed
	TiCu20Ni20	Goed	Goed
<b>β - titaan</b> TiVCrSnAl-15-3-3-3	TiCu15Ni15	Goed	Matig
	TiCu15Ni25	Goed	Redelijk
	TiZr20Cu20Ni20	Goed	Goed
Lektest goed: beter dan $1 \times 10^{-9}$ mbar			

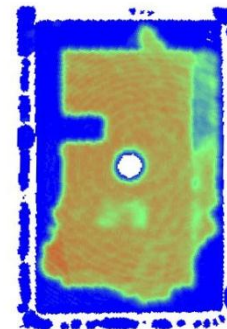
α-Ti  
Gapasil



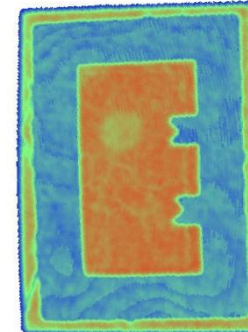
α-Ti  
TiZr20Cu20Ni20



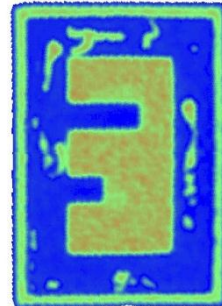
α-β-Ti  
TiCu15Ni15



α-β-Ti  
TiCu20Ni20



β-Ti  
TiCu15Ni25



- Gapasil 9: Lek uit lektest wordt bevestigd in US scan
- Zr-heeft gunstig effect op vloeïgedrag

# Ti Grade 2, $\alpha$ : Mechanisch

Materiaal en soldeercondities			Staf-Trek			Plaat-afschuiving				
			Staf-Breuk	Rm MPa	% BM	Plaat (DB) Breuk	Rm MPa	%BM	Max soldeernaad Mpa	
$\alpha$ - titaan grade 2	Gapasil 9	S-HV	sold	342,0	76%	sold	98,1	27%	98,1	
		S-HF	sold	377,8	84%					
	TiZr20Cu20Ni20	S-HV	sold	324,3	76%	sold	70,3	19%	70,3	
		S-HF	sold	178,1	39%					
$\alpha$ - $\beta$ titaan grade 5	TiCu15Ni15	S	sold	946,2	84%	BM-DZ	534,5	60%	183,7	
		S+D	BM	946,9	84%	sold	160,9	18%	160,9	
		S+D+A	BM	948,9	85%	BM (2)	762,3	86%	155,3	
	TiZr20Cu20Ni20	S	sold	433,8	39%	sold (2)	83,3	9,4%	83,3	
		S+D	sold	910,4	81%	sold	182,0	20,5%	182,0	
		S+D+A	sold	947,5	84%	sold	204,4	23,1%	204,4	
	TiCu20Ni20	S	BM	947,8	84%	BM-DZ	502,8	57%	178,4	
		S+D	BM	947,2	84%	BM-DZ	569,2	64%	219,7	
		S+D+A	BM	950,0	85%	BM-DZ	604,6	68%	207,8	
$\beta$ - titaan Ti15V3Cr3Sn3Al	TiCu15Ni15	S				sold	189,2	23%	189,2	
		S+D				BM-DZ	751,7	92%	258,4	
		S+D+A				BM-DZ	630,5	77%	235,1	
	TiCu15Ni25	S		nvt			sold	172,7	21%	172,7
		S+D					BM (2)	774,9	95%	133,2
		S+D+A					BM (2)	1066,6	130%	202,3
	TiZr20Cu20Ni20	S					sold (2)	66,0	8,1%	66,0
		S+D					sold (2)	62,1	7,6%	62,1
		S+D+A					sold (2)	61,0	7,5%	61,0

(2) - dubbele DB

S: als gesoldeerd, S+D: gesoldeerd + Diffusiegloeing, S+D+A: gesoldeerd+Diffussiegloeing+Anneal

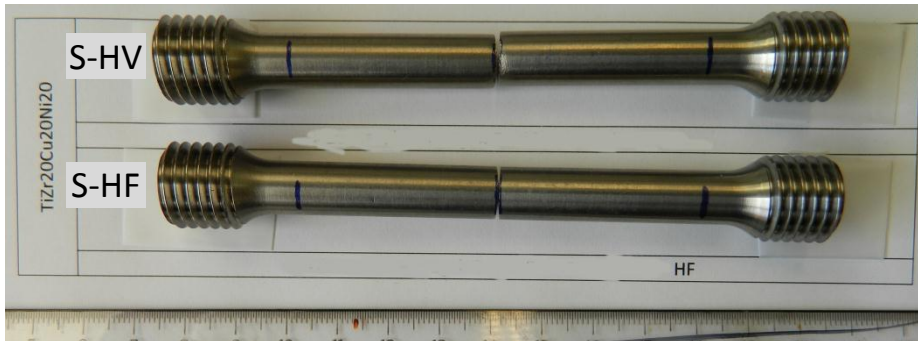
# Ti Grade 2, $\alpha$ : Soldeer verbinding-Sterkte



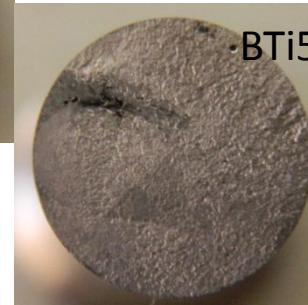
Gapasil: HV-Rm: 76%



Gapasil: HF-Rm: 84%



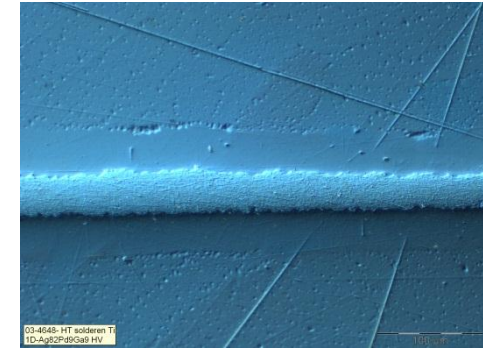
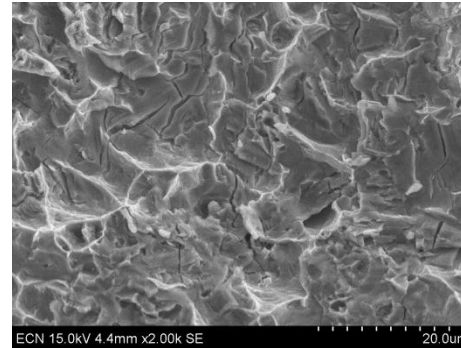
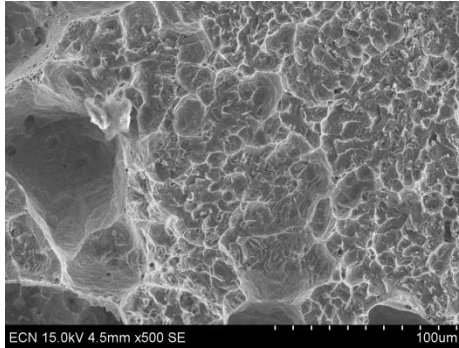
BTi5: HV-Rm: 76%



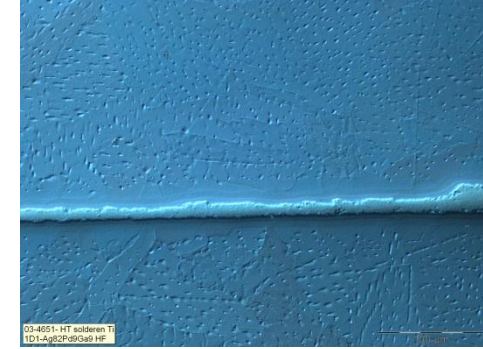
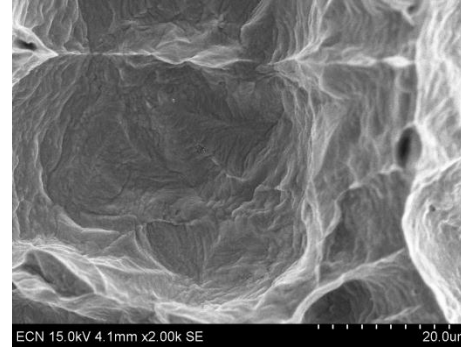
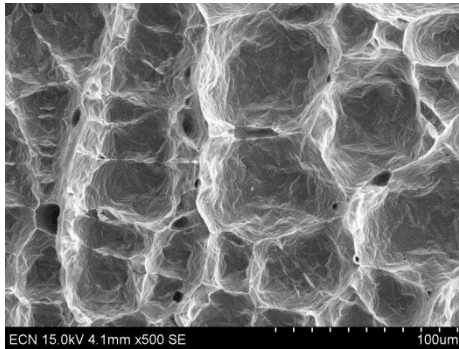
BTi5: HV-Rm: 39%

# Ti Grade 2, $\alpha$ : Sterkte-Fractografie (staf)

Gapasil-  
HV  
342MPa



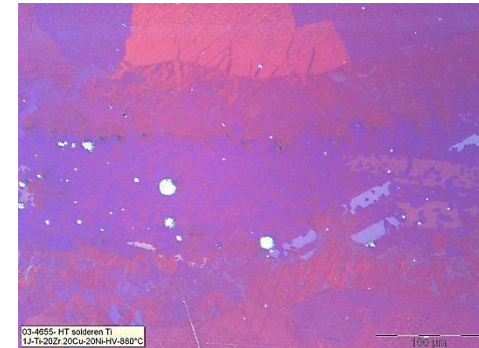
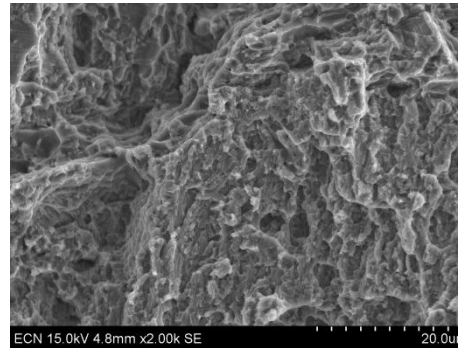
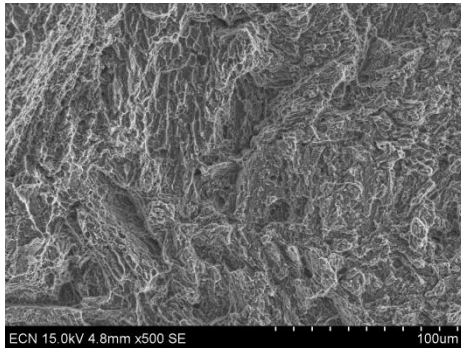
Gapasil-HF  
378MPa



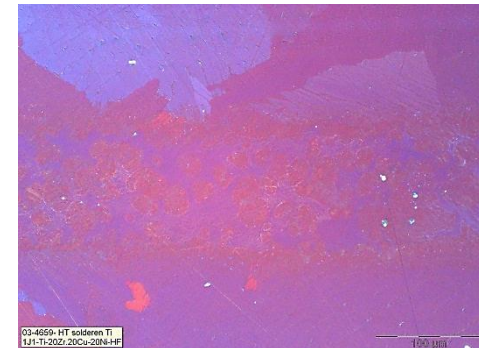
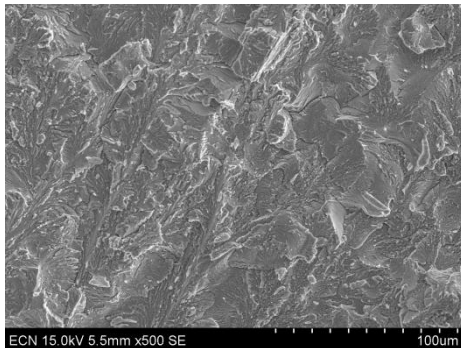
- HF homogener breukvlak van HV → LM HF smallere diffusie zone = positief
- Beiden taaie breuk karakteristiek
- HF beste resultaat

# Ti Grade 2, $\alpha$ : Sterkte-Fractografie (staf)

BTi5-HV  
324MPa



BTi5-HF  
178MPa



- HV ductile features, HF splijt/brosse breuk features
- HV beste resultaat → LM microstructuur meer continu over de verbinding → langere soldeertijd hier gunstig → diffusie.



# Ti Grade 5, $\alpha/\beta$ : Sterkte-Soldeer BTi1-Ti-15Cu-15Ni

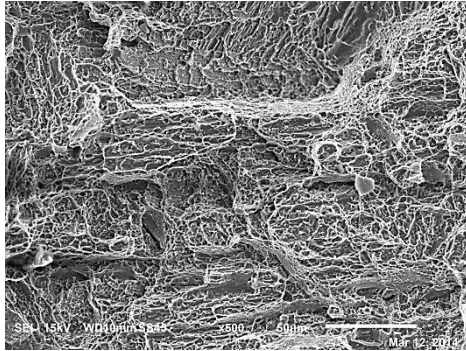
BM: Lev @1122MPa – soldeercyclus + Diff @ 955MPa



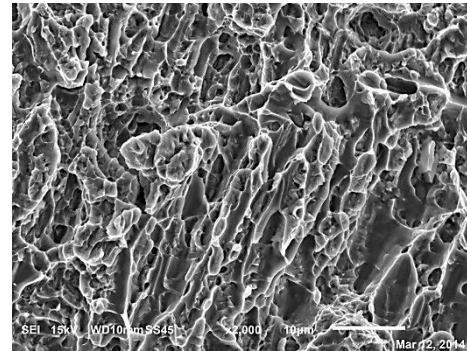
- Na soldeer cyclus: breuk in soldeernaad met weinig plastische vervorming
- Na Diff en Diff+Aging: breuk in BM
- Sterkte al goed zonder Diff en Aging, maar lage plastische vervorming ongewenst

# Ti Grade 5, $\alpha/\beta$ : Mechanisch-Fractografie (staf)

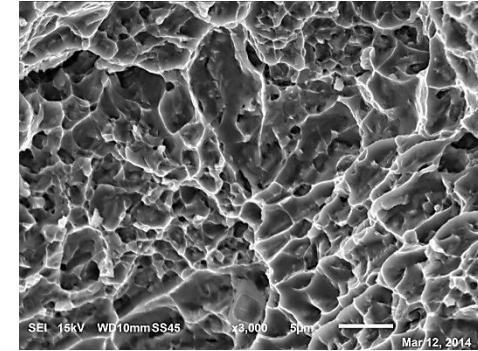
BTi1-HV  
946MPa



Als gesoldeerd – indicatie defect



Gesoldeerd + Diffusie



- HV ductile breuk, sterkte niet beïnvloed door Diffusie of Aging
- Diffusie verbeterd faalgedrag → breuk in BM → hogere rek (structuur verbetering)

# Ti Grade 5, $\alpha/\beta$ : Sterkte Soldeer B*Ti*<sub>5</sub>-Ti-20Zr-20Cu-20Ni

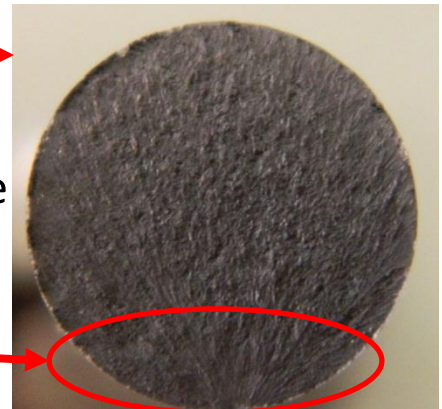
BM: Lev @1122MPa – soldeercyclus + Diff @ 955MPa



Soldeernaad @ 434 MPa

Soldeernaad @ 910 MPa

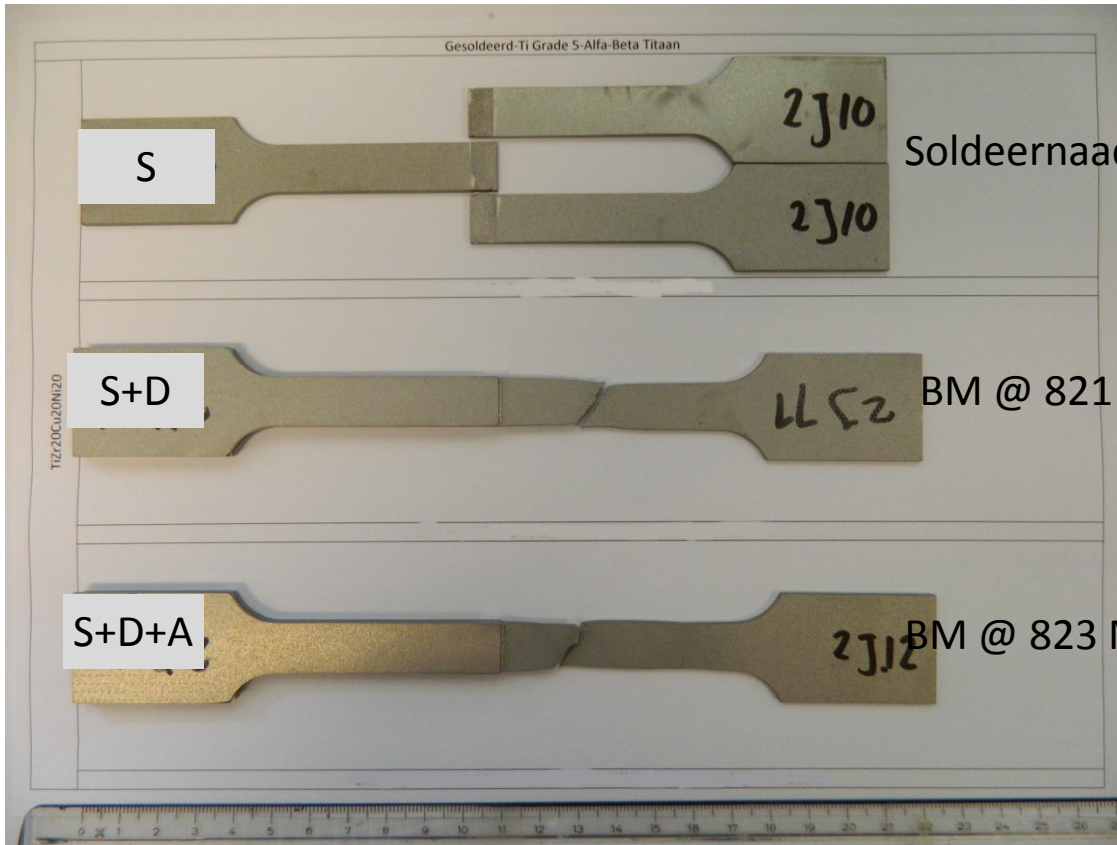
Soldeernaad @ 948 MPa



- Breuk in soldeernaad in alle condities zonder plastische deformatie
- Diff en Aging geven sterke verbetering sterkte
- Initiatie op ruwheid oppervlak?

# Ti Grade 5, $\alpha/\beta$ : Sterkte Soldeer B*Ti*<sub>5</sub>-Ti-20Zr-20Cu-20Ni

BM: Lev @886MPa – soldeercyclus + Diff @ 772MPa



Soldeernaad @ 83 MPa

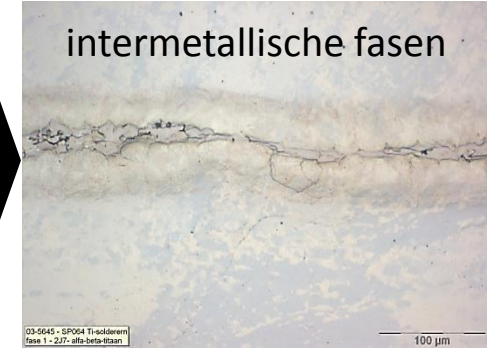
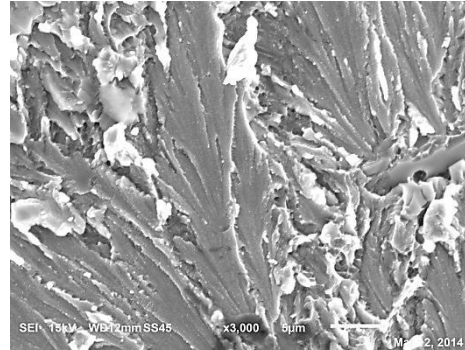
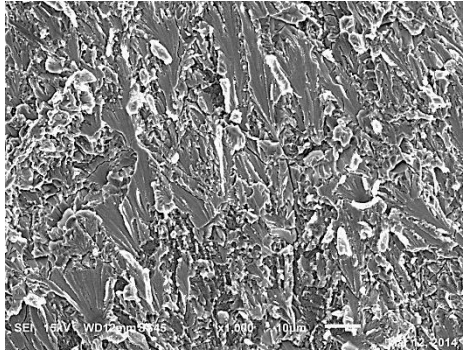
BM @ 821 MPa

BM @ 823 MPa

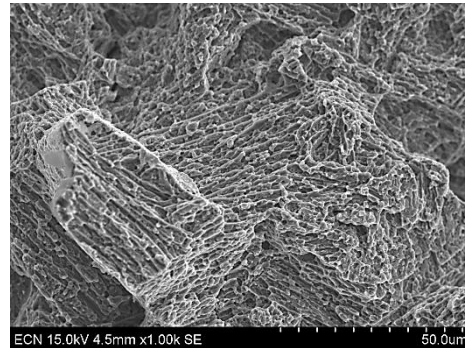
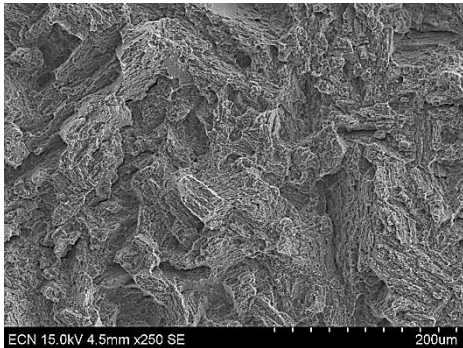
- Breuk in soldeernaad in als gesoldeerd
- Diff en Aging geven sterke verbetering sterkte

# Ti Grade 5, $\alpha/\beta$ : Mechanisch-Fractografie (staf)

BTi5-HV  
434MPa  
S



BTi5-HV  
948MPa  
S+D



- Als gesoldeerd: Bros breukgedrag
- Na aging en aging/diffusie: Ductiel breukgedrag is in lijn met de hoge sterkte → tgv oplossen brosse fase in het midden van de soldeernaad

# Ti Grade 5, $\alpha/\beta$ : Sterkte Soldeer TiCuNi-60-20-20

BM: Lev @1122MPa – soldeercyclus + Diff @ 955MPa

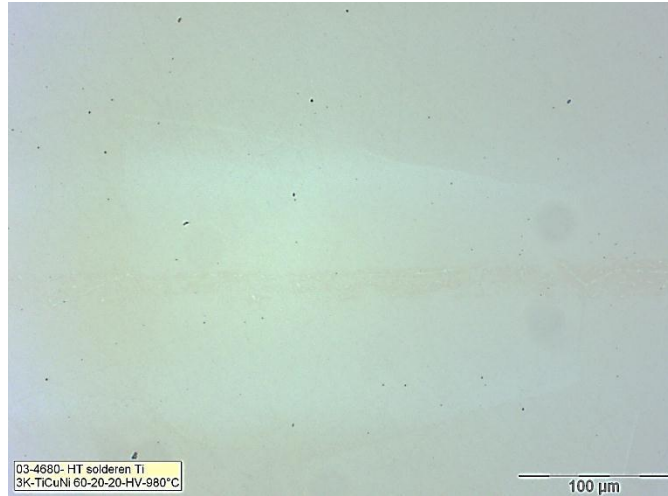


- Gesoldeerd op 980°C (zie ook microstructuur)
- Breuk in BM alle condities, geen invloed Diff en Aging op sterkte
- Diff en Aging, geringe toename rek (zie ook BM resultaten)

# Ti Grade 5, $\alpha/\beta$ : Sterkte

## Soldeer TiCuNi-60-20-20 – microstructuur

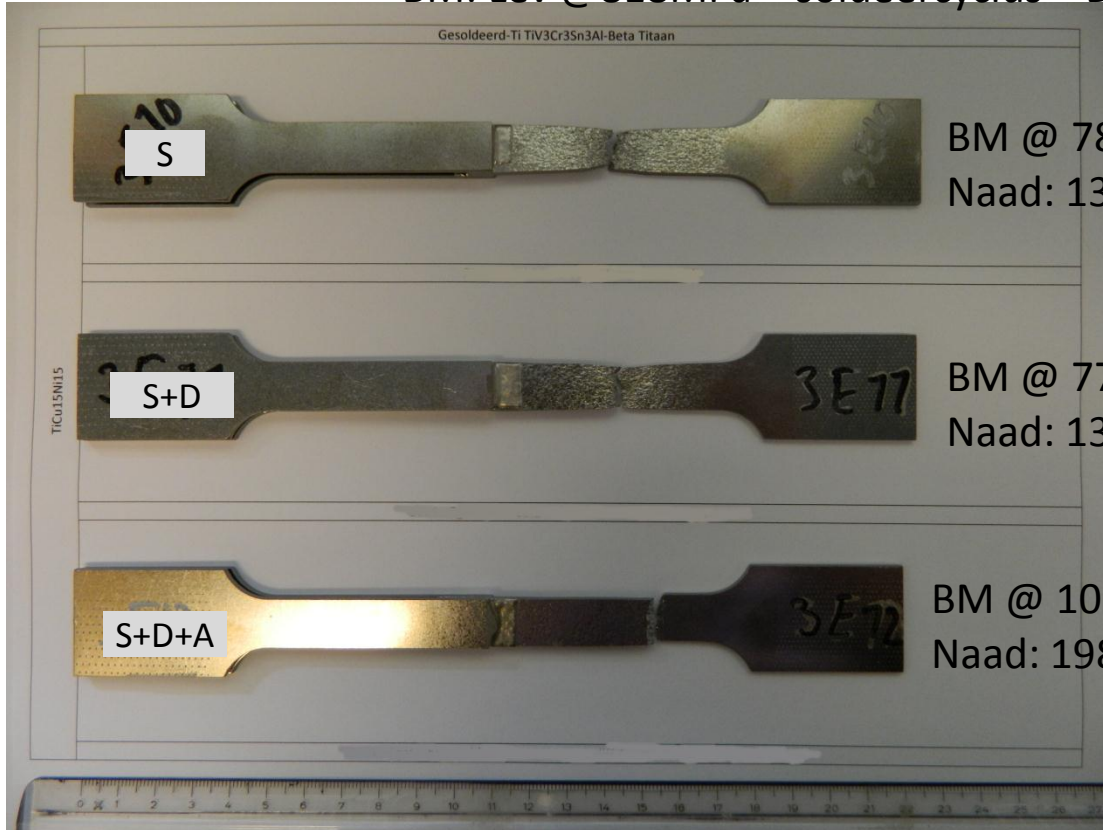
---



- K: Als gesoldeerd 980°C: homogene structuur zonder indicaties voor fasen met (zeer) hoge hardheid.

# TiV<sub>15</sub>Cr<sub>3</sub>Sn<sub>3</sub>Al<sub>3</sub>, β : Sterkte Soldeer BTi<sub>1</sub>-Ti-15Cu-15Ni

BM: Lev @818MPa – soldeercyclus + Diff @ 761MPa



BM @ 781 Mpa  
Naad: 134 MPa

BM @ 774 Mpa  
Naad: 133 MPa

BM @ 1064 Mpa  
Naad: 198 MPa

- Dubbele DB: Grote overlap  
→ BM breuk
- Bij enkele DB:  
S : breuk in Soldeer  
S+D: breuk in BM/DZ  
S+D+A: breuk in BM/DZ
- Diff gunstig voor sterkte

BM: Basis Material  
DZ: Diffusie Zone

(bij meniscus)



# TiV<sub>15</sub>Cr<sub>3</sub>Sn<sub>3</sub>Al<sub>3</sub>, β : Sterkte Soldeer BTi<sub>2</sub>-Ti-15Cu-25Ni

BM: Lev @818MPa – soldeercyclus + Diff @ 761MPa



- Dubbele DB: Grote overlap  
→ BM breuk of BM/DZ
- Bij enkele DB:  
S : breuk in Soldeer

- Diff gunstig voor sterkte

BM: Basis Material

DZ: Diffusie Zone

(bij meniscus)

# TiV<sub>15</sub>Cr<sub>3</sub>Sn<sub>3</sub>Al<sub>3</sub>, $\beta$ : Sterkte Soldeer BTi<sub>2</sub>-Ti-15Cu-25Ni

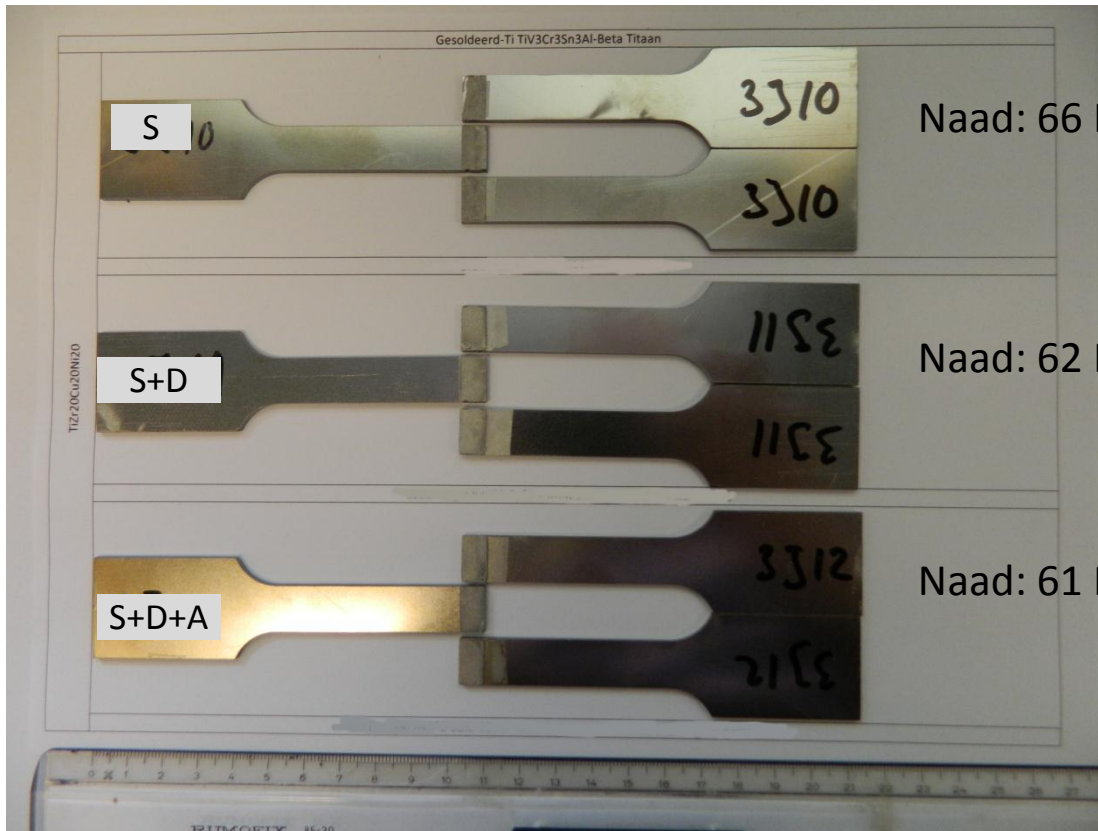
BM: Lev @818MPa – soldeercyclus + Diff @ 761MPa



Als gesoldeerd @960°C, vrij van fasen en harde structuren

# TiV<sub>15</sub>Cr<sub>3</sub>Sn<sub>3</sub>Al<sub>3</sub>, $\beta$ : Sterkte Soldeer B Ti<sub>5</sub>-Ti-20Zr-20Cu-20Ni

BM: Lev @818MPa – soldeercyclus + Diff @ 761MPa



- Bros gedrag soldeerverbinding
- Geen verbetering met Diff en Aging

# Conclusies- Solderen (1)

---

- Invloed soldeercyclus op mechanische eigenschappen BM gering
- Zirkoon:
  - gunstig effect op vloeigedrag, voor goede mechanische eigenschappen diffusiegloeibehandeling nodig.
  - Zr verlaagd soldeertemperatuur
- Breuk in basismateriaal bij juiste keuze soldeer en thermische behandeling (soldeercyclus + nabehandelingen)
- Hoge sterkte (>80% Basis Materiaal) haalbaar:
  - Diffusie gloeiing nodig voor
    - BTi5 en BTi2 (hoogste sterkte)
    - BTi1, optimalisatie mechanisch gedrag (hoge rek door breuk in BM)
- Bij  $\beta$ -Titaan heeft aging negatieve invloed op taaiheid
- Opstellen van een goede BPS (Brazing Procedure Specification) noodzakelijk, rekening houdend met functionele eisen.

# Conclusies-Solderen-soldeerkeuze (2)

AA3003 (Al 97 Mn1,2)	710					Beperkt inzetbaar, sterkte-corrosie
Al88Si12 (AlSi12)	680					Beperkt inzetbaar, sterkte-corrosie
Ag95Al5	870-900					Beperkt inzetbaar, sterkte
Gapasil-9 (Ag82Pd9Ga9)	930	1				
BTi1 Ti-15Cu-15Ni	980-1050		2(-DIFF)	1-DIFF		$\alpha$ - $\beta$ : Mits Diff behandeling
BTi2 Ti-15Cu-25Ni	930-960			2-DIFF		
BTi3 Ti37,5Zr-15Cu-10Ni	850-880					Beperkt inzetbaar, sterkte
BTi4 Ti-24Zr-16Cu-16Ni-0,5Mo	880-920					Beperkt inzetbaar, sterkte
BTi5 Ti-20Zr.20Cu-20Ni	870-900	2	3-DIFF			$\alpha$ - $\beta$ : Mits Diff behandeling
TiCuNi 60-20-20	940-980		1			
CuSil	820					Beperkt inzetbaar, corrosie

- Beste keus
- Alternatief
- Niet geschikt

X
X(-DIFF)
X-DIFF

Geen warmte nabehandeling nodig

Warmte nabehandeling gewenst (mechanische eigenschappen)

Warmte nabehandeling noodzakelijk (mechanische eigenschappen)

# Dank voor uw aandacht

Deze presentatie werd samengesteld in nauwe samenwerking met:



ECN

Westerduinweg 3  
1755 LE Petten  
The Netherlands

T +31 88 515 49 49  
F +31 88 515 44 80

P.O. Box 1  
1755 ZG Petten  
The Netherlands

info@ecn.nl  
www.ecn.nl



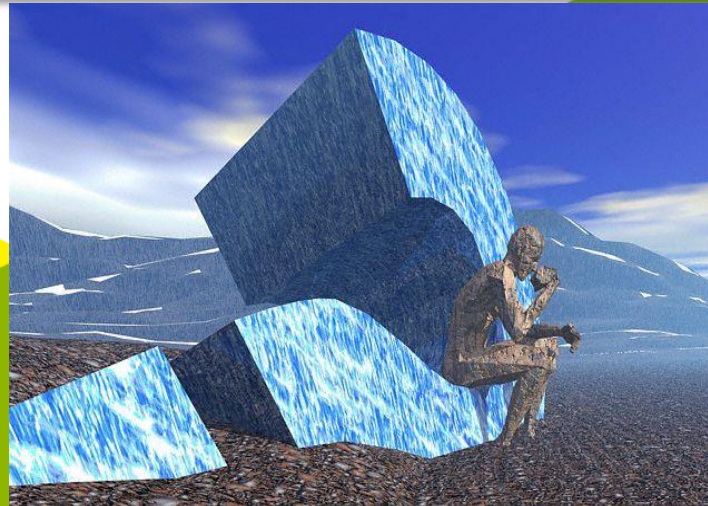
# Bedankt voor uw aandacht: Technische Commissie 1A Hoog Temperatuur Vacuümsolderen



Informatie zie:

<http://www.nil.nl/technischecommissie1a>

<http://www.vemet.nl/Kennisplein/HT-vacuümsolderen>



**ECN**

Westerduinweg 3  
1755 LE Petten

Postbus 1  
1755 LG Petten

T 088 515 4949  
F 088 515 8338  
info@ecn.nl  
www.ecn.nl

